

Перепечатано из журнала "Заводская лаборатория. Диагностика материалов". 1999. Т. 65, № 11. С.65-67.

ОПЫТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АНАЛИЗАТОРА RC-412 ФИРМЫ LECO ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЧИСТОТЫ ПОВЕРХНОСТИ ХОЛОДНОКАТАНОГО МЕТАЛЛА¹

Л.Э.Ким*, Л.Г.Сычь, Т.А.Пальчун, Г.П.Гостяева

* Представительство LECO Instrumente GmbH в Москве

117334, Москва, Ленинский проспект, 49

ОАО "Магнитогорский металлургический комбинат"

455002, Магнитогорск Челябинской обл., Кирова, 93

Описан опыт использования анализатора RC-412 фирмы LECO для определения чистоты поверхности холоднокатаного металла. Выбраны условия нагрева и программы контроля печи прибора для определения общего и раздельного органического и неорганического углерода на поверхности металла.

Ким Леонид Эдвардович - региональный менеджер представительства LECO Instrumente GmbH в Москве.

Сычь Любовь Григорьевна - ведущий инженер спектральной лаборатории ЦЛК.

Область научных интересов: ИК-спектрометрия, термический анализ.

Автор 25 статей.

Пальчун Татьяна Александровна - начальник химического отдела ЦЛК.

Область научных интересов: классическая аналитическая химия.

Автор 50 статей.

Гостяева Галина Павловна - начальник лаборатории аналитической химии прокатных цехов ЛПЦ 3-8.

Область научных интересов: количественный анализ.

Автор 5 статей.

К чистоте поверхности холоднокатаного металла предъявляются повышенные требования, в особенности по загрязненности поверхности углеродсодержащими соединениями и продуктами износа полосы.

Эти требования особенно высоки к чистоте поверхности автолистовой стали, так как загрязненность автолиста при дальнейшем его использовании в некоторых технологических операциях может привести к браку за счет ухудшения сцепления основы (металла) с покрытием (окраска, лакировка) [1].

Продукты износа полосы, по данным работы [1],

не являются браковочным признаком для автолистового металла, однако повышенное содержание на его поверхности аморфного или графитизированного углерода может привести в дальнейшем к появлению пористой коррозии на изделиях из такого металла [2].

Из вышеизложенного следует, что на качество поверхности металлопроката в большей степени влияет загрязненность углеродсодержащими соединениями, что совпадает с мнением авторов работы [3], которые проводили оценку чистоты поверхности металла перед нанесением оловянного покрытия по содержанию на ней углерода с

¹ В работе принимали участие Т.Н.Хвётте, С.М.Хасанова.

помощью прибора RC-412 фирмы LECO.

В настоящее время фирма LECO представила новый мультифазовый анализатор RC-412 для раздельного определения разных видов углерода (органического, неорганического, свободного) в различных соединениях, в том числе и поверхностного углерода, а также общего углерода (от 0,02 до 20 %)².

Кроме того, прибор также предназначен для определения влажности пробы и кристаллизационной воды в любых материалах.

Принцип действия анализатора основан на способности разных видов углерода окисляться (разлагаться) при различных температурах в токе кислорода (азота) и определении образовавшегося диоксида углерода путем измерения величины сигнала поглощенного инфракрасного излучения.

Прибор для раздельного определения разных видов углерода по температурам их окисления обеспечивает программирование температурного интервала нагрева печи (25 - 1200° С) до десяти фаз. Для каждой отдельной фазы выбирается начальная и конечная температура, скорость нагрева от 1 до 200° С/мин и время выдержки при заданной температуре (0 - 200 с).

Цель настоящей работы — выбор условий нагрева и программы контроля печи прибора RC-412 для определения общего и раздельного органического и неорганического углерода на поверхности холоднокатаного металла³.

Согласно работе [3], на поверхности холоднокатаного металла могут присутствовать карбид железа, графит, аморфный углерод (сажа) и остатки органических технологических смазок. Известны методы определения графита, аморфного углерода и органических соединений [4, 5].

Углерод, присутствующий в виде графита, определяют при 900° С и выше, углерод аморфный — при более низкой температуре (560 - 600° С) [4], углерод органический (технологических смазок на основе минеральных и растительных масел) — до 400° С, так как по данным дифференциально-термического анализа [5] технологические смазки полностью выгорают в интервале температур 200 - 400° С.

Исходя из этого, авторы выбирали программу нагрева печи и температурный интервал выгорания для раздельного определения углерода

органического и неорганического на поверхности металла.

Для определения поверхностного углерода как общего, так и раздельного, проводили двухфазный нагрев до 650° С, так как выше этой температуры наблюдается выгорание углерода из металла.

Нагрев в первой фазе осуществляли в интервале температур 200 - 400° С (выгорание остатков углеродсодержащих смазок), во второй — 400 - 650° С (выгорание углерода, входящего в состав неорганических соединений).

Отдельно для каждой фазы выбирали скорость нагрева печи и продолжительность выдержки при максимальной температуре. Следует отметить, что после проведения анализа образцов с повышенной загрязненностью органическим углеродом увеличивается фоновое содержание углерода и воды (холостой опыт), что требует дополнительного времени для очистки прибора.

Условия определения углерода на поверхности холоднокатаного металла приведены ниже:

Фаза	Температурный интервал, °С	Скорость нагрева, °С/мин	Время выдержки, с
I	200 - 400	100	120
II	400 - 650	100	120

При выбранной программе нагрева печи образец холоднокатаного металла размером 70 x 10 мм помещали в однозонную печь сопротивления и нагревали в диапазоне температур 200 - 650° С. В процессе нагрева углеродсодержащие загрязнения сгорают с образованием диоксида углерода, количество которого определяется при помощи полупроводникового детектора в ИК ячейке низкого или высокого углерода (в зависимости от калибровки по стандартным образцам: низкому — с содержанием углерода 1 - 4 % и высокому — 12 %). Далее результат анализа в мг/дм² высвечивается на табло прибора и распечатывается. Кроме того, прибор проводит распечатку графиков (кривых выгорания углерода и воды) и изменяет их масштаб, что дает возможность разделить следы различных видов углерода.

На рис. 1 представлена кривая выгорания углерода с поверхности холоднокатаного металла. На ней наблюдаются два максимума: один пик при 360° С (I фаза) соответствует выгоранию органического углерода, а второй (незначительный)

² Пределы измерения могут быть увеличены уменьшением массы анализируемого образца.

³ Органический углерод — углерод, входящий в состав органических соединений, присутствующих на поверхности проката в виде разложившихся при технологическом переделе остатков технологических прокатных смазок; неорганический углерод — углерод, входящий в состав неорганических соединений, присутствующих на поверхности проката в виде карбида железа и аморфного углерода; общий углерод — суммарное содержание углерода органического и неорганического.

при 565°С (II фаза) — выгоранию неорганического углерода. По температуре максимума выгорания можно предположить, что выгорает аморфный углерод (сажа). Для подтверждения этого вывода проводили следующий эксперимент. На приборе в кварцевой лодочке сжигали пробу сажи, отобранную с поверхности металла с дефектом “сажа” и “сажистый налет”. Выгорание углерода “сажи” отмечено при 600°С, что доказывает правильность сделанного предположения.

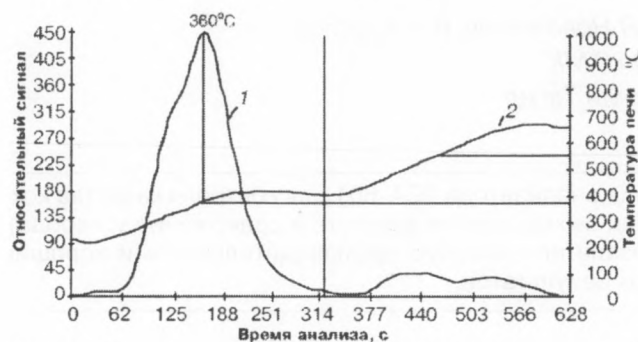


Рис. 1. Кривые выгорания углерода с поверхности отожженного автолиствого металла (1) и нагрева печи (2)

Наличие органического углерода на поверхности холоднокатаного автолиствого металла подтверждает присутствие пика H_2O (350°С), который образуется при той же температуре, при которой выгорает углерод (рис.2).

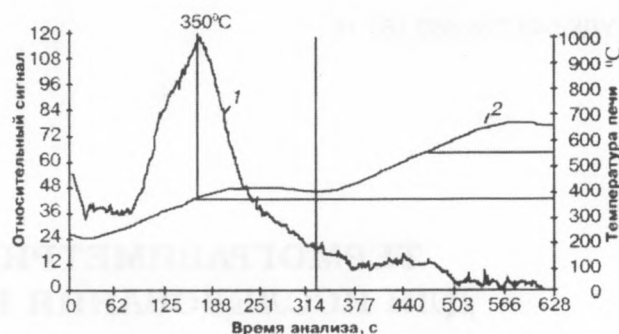
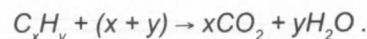


Рис. 2. Кривые выделения воды с поверхности отожженного автолиствого металла (1) и нагрева печи (2)

Образование воды происходит в результате окисления органического соединения по реакции



Разработанная методика позволяет определять общий поверхностный и отдельный органический и неорганический углерод на поверхности холоднокатаного автолиствого металла.

Методика раздельного определения органического и неорганического углерода на поверхности холоднокатаного металла на приборе RC-4 12 дает возможность оценить чистоту поверхности металла по загрязненности ее углеродсодержащими соединениями. Анализатор RC-4 12 прост и надежен в эксплуатации, компьютерный контроль за ходом анализа и обработкой результатов делает прибор удобным в работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Эмульсии и смазки при холодной прокатке/ В.К.Белосевич и др. // М.: Металлургия, 1976. С.65, 67.
2. Термоэлектрические, термографические и другие физико-химические методы контроля состава и качества металлопродукции// III Всесоюзная научно-техническая конференция: Тезисы докл. Магнитогорск, 1987. С.35 - 36.
3. Оржеховская А.Я, Толстова Е.И., Белоусова Т.И // Сталь. 1989. №2. С.63.
4. Определение углерода в металлах/ П.Я.Яковлев и др. // М.: Металлургия, 1972. С.194 - 195.
5. Сыч Л.Г., Пальчун Т.А., Зайсанова Н.Л. Термоаналитическое исследование эмульсола Уфол-1 // Сборник ЦЛК. Магнитогорск, 1998. С.312.

* * * * *